



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenl ungungsschrift**
10 **DE 100 58 399 A 1**

51 Int. Cl. 7:
G 01 N 11/14

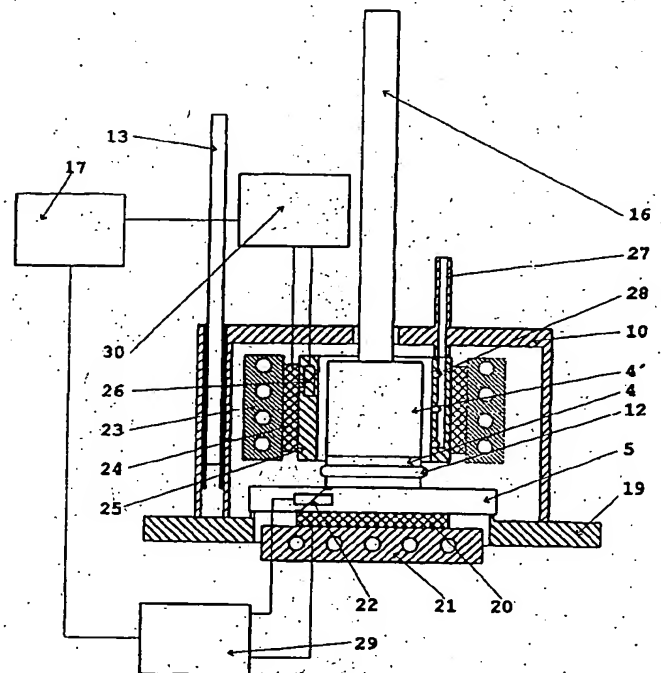
21 Aktenzeichen: 100 58 399.7
22 Anmeldetag: 24. 11. 2000
43 Offenlegungstag: 31. 5. 2001

30 Unionspriorität:
2010/99 29. 11. 1999 AT
71 Anmelder:
Anton Paar GmbH, Graz, AT
74 Vertreter:
Epping, Hermann & Fischer, 80339 München

72 Erfinder:
Raffer, Gerhard, Graz, AT

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- 54 Rotationsrheometer
57 Die Erfindung betrifft ein neues Rotationsrheometer mit einem Messmotor (1), der eine Messwelle (16) rotiert, an der ein oberer, insbesondere platten- oder kegelförmiger, Messteil (4) befestigt ist, wobei zwischen diesem ersten Messteil (4) und einem drehfesten, unteren, vorzugsweise plattenförmigen, Messteil (5) ein Messspalt (S) ausgebildet ist, in den die zu untersuchende Substanz (12), insbesondere Flüssigkeit, Gel o. dgl., eingebracht wird, wobei die Dicke des Messspaltes (S) durch eine Verstellung der beiden Messteile (4, 5) relativ zueinander einstellbar ist und wobei unterhalb des unteren Messteiles (5) eine Heiz- bzw. Temperatureinheit für diesen angeordnet ist. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass zur Aufheizung oder Abkühlung oder Temperierung des oberen Messteiles (4) zumindest eine Wärmepumpe (24), insbesondere zumindest ein Peltier-Block, vorgesehen ist mit der(m) dem oberen Messteil (4) Wärme zuführbar oder Wärme entziehbar ist.



DE 100 58 399 A 1

DE 100 58 399 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Rotationsrheometer gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Der prinzipielle Aufbau von Rotationsrheometern ist beispielsweise aus dem österreichischen Patent 404 192 bekannt.

Ziel der Erfindung ist es, bei derartigen Rotationsrheometern, insbesondere bei solchen der eingangs genannten Art, die Temperatur der Probe rasch einstellen und während des Messvorganges möglichst genau auf einen gewünschten Wert halten zu können bzw. Temperaturgradienten in der Probe zu minimieren. Die Viskosität der Proben – im wesentlichen Flüssigkeiten, Gele, Pasten, Schmelzen, bis hin zu Festkörpern – besitzt eine hohe Temperaturabhängigkeit, welche in einer Größenordnung von etwa 10% Viskositätsänderung pro 1°C liegt. Für die genaue Bestimmung der Viskosität ist daher eine homogene Temperierung der Probe innerhalb des Messspaltes von Wichtigkeit. Da viele Proben auch eine zeitliche Abhängigkeit der Viskosität aufweisen (z. B. thermisch aushärtende Klebstoffe), sollen Temperaturveränderungen (Aufheizen und Abkühlen) exakt in möglichst kurzer Zeit ausgeführt werden können.

Diese Ziele werden bei einem Rotationsrheometer der eingangs genannten Art durch die im Kennzeichen des Anspruchs 1 angeführten Merkmale erreicht.

Mit der(n) vorgesehenen Wärmepumpe(n) ist es möglich, sehr rasch dem oberen Messteil Wärme zuzuführen oder Wärme vom oberen Messteil abzuführen, je nachdem, ob die Temperatur des oberen Messteiles oder der zu untersuchenden Probe oder des unteren Messteiles einen gewünschten Temperaturwert über- oder unterschreitet.

Mit den Merkmalen der Ansprüche 2 bis 9 wird eine rasche und exakte Temperatureinstellung und gleichmäßige Temperaturverteilung unterstützt.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind die Merkmale des Anspruchs 10 erfüllt. Der vorgesehene Wärmeleitteil verbessert die Möglichkeit, mit der Wärmepumpe rasch Wärme zum oberen Messteil zuzuführen bzw. aus diesem ableiten zu können.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die Merkmale des Anspruchs 16 verwirklicht. Damit kann zusätzlich zu der durch Wärmestrahlung und Wärmeleitung und die geringe, immer vorhandene Konvektion verursachte Wärmezufuhr und -abfuhr gezielt durch eine entsprechend dosierte Zufuhr von Gas die Temperatur des oberen Messteiles und/oder des Wärmeleitteiles verändert bzw. eingestellt werden.

Des weiteren sind die Merkmale der Ansprüche 17 und 18 von Vorteil. Die vorgesehene, insbesondere thermisch isolierende, Haube schaltet Umgebungseinflüsse aus bzw. isoliert die Messteile thermisch gegenüber der Umgebung.

Eine vorteilhafte Regelung ergibt sich mit den Merkmalen der Patentansprüche 22 bis 24.

Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung ergeben sich aus der folgenden Beschreibung, den Patentansprüchen und der Zeichnung.

Im folgenden wird die Erfindung anhand der Zeichnungen beispielsweise näher erläutert:

Es zeigen Fig. 1 und 2 Rotationsrheometer von an sich bekannter Bauart; Fig. 3 bis 8 zeigen Ausführungsformen erfindungsgemäßer Rotationsrheometer; Fig. 9 zeigt Ausführungsdetails.

Gemäß Fig. 1 und 2 umfasst ein Rotationsrheometer einen Messmotor 1 mit der speziellen Eigenschaft, dass die Beziehung zwischen dem Drehmoment an der Motorachse und der elektrischen Versorgung bzw. den Versorgungsparametern, insbesondere der Stromaufnahme und/oder der Fre-

quenz und/oder der Phasenlage, in einem bekannten Zusammenhang steht. Dadurch kann während eines Rotationsversuches das Moment einer Probe 12 durch Messung der Versorgungsparameter bestimmt werden. Die Beziehungen zwischen dem Drehmoment und den Versorgungsparametern werden durch Justieren und/oder Kalibrieren ermittelt.

Des weiteren umfasst das Rotationsrheometer einen Winkelencoder 2 zur Bestimmung der Drehposition und der Drehzahl der Welle 16. Die Welle 16 ist in einem Führungslager 3 gelagert. Je nach Aufbau des Rotationsrheometers und der geforderten Drehmomentauflösung werden Wälzlager oder Luftlager verwendet.

Als Meßsystem bzw. Messteile 4, 5 mit bekannter Geometrie können prinzipiell drei unterschiedliche Systeme eingesetzt werden, nämlich Platte/Platte-Meßsysteme, Kegel/Platte-Meßsysteme oder Zylindermeßsysteme.

Das Rotationsrheometer umfasst des weiteren ein Stativ 11 in möglichst formstabiler Ausführung. Mit einer Hubeinrichtung kann die Dicke des Messspaltes S durch Höhenverstellung zumindest eines der Messteile 4, 5 eingestellt werden.

Fig. 1 zeigt schematisch ein Rotationsrheometer, bei dem die Anordnung bestehend aus Messmotor 1, Lagerung 3, Winkelencoder 2 und den als Platten ausgebildeten Messteilen 4 und 5 mit dem Stativ 11 über eine Linearführung 31 verbunden bzw. auf dieser gelagert und relativ zum Stativ 11 verschiebbar sind. Durch ein Antriebssystem bestehend aus einer Spindel 6 mit einem Drucklager 7 und einem Motor 8 und gegebenenfalls mit einem angeflanschten Winkelencoder 9 kann diese Anordnung in vertikaler Richtung relativ zum Stativ 11 bewegt und die Dicke des Messspaltes S verändert werden. Die Verschiebung der Messplatte 18 relativ zum Stativ 11 wird mit einer Messeinrichtung 14 ermittelt, die z. B. von einem Potentiometer, einer Linearmesseinrichtung od. dgl. gebildet sein kann.

Die Auswertung der Messwerte erfolgt in einer Steuer- bzw. Auswerteeinheit 17, die die Versorgungsparameter des Messmotors 1 abfühlt, die Dicke des Messspaltes S einstellt und entsprechende Registrier- und Anzeigegeräte umfasst.

Fig. 2 zeigt ein Rotationsrheometer in einer gegenüber Fig. 1 abgeänderten Anordnung, wobei der Messmotor 1, das Luftlager 3 und der Winkelencoder 2 fest mit dem Stativ 11 verbunden sind. Der Messspalt S wird mit einem Hubtisch 15 eingestellt, welcher axial im Stativ 11 gelagert ist und über eine Spindel 6 mit einem Drucklager 7 und einem Motor 8, der gegebenenfalls einen angeflanschten Winkelencoder 9 aufweist, höhenverstellbar angetrieben ist.

Anstelle des Spindelantriebes, bestehend aus den Bauteilen 6, 7, 8 und 9 können auch andere Linearantriebe verwendet werden, z. B. ein Uhmutter-Antrieb (Wälzmutter), Linearmotoren, pneumatisch angetriebene Verstellrichtungen usw.

Grundsätzlich gibt es drei Versuchsarten:

- CSR-Versuch: Die Welle 16 wird mit konstanter Drehzahl beaufschlagt und das Drehmoment wird gemessen.
- CSS-Versuch: In diesem Fall wird ein konstantes Moment vorgegeben und die Drehzahl der Welle 16 wird gemessen.
- Oszillationsversuch: Bei diesem Versuch wird die Welle 16 mit sinusförmigen (oder andere Wellenform aufweisenden) Drehbewegungen beaufschlagt. Bei dieser Versuchsart kann neben dem viskosen Anteil auch die elastische Komponente der Probe 12 bestimmt werden.

Bei einem Kegel/Platte-Meßsystem befindet sich die

Probe 12 zwischen einem feststehenden unteren Messteil 5, der von einer Platte gebildet ist und einem rotierenden oberen Messteil 4, der von einer Platte oder von einem rotierenden Kegel mit typischen Winkeln gebildet ist. Die Winkel, gemessen zwischen der feststehenden unteren Platte und dem Kegel, betragen z. B. $0,5^\circ$, 1° oder 2° . Entsprechend der vorgegebenen Norm sitzt die Kegelspitze an der feststehenden Platte auf. Um die Reibung an diesem Punkt zu verhindern, kann die Kegelspitze um $50\text{ }\mu\text{m}$ abgeflacht und die Höhe derart eingestellt werden, dass die theoretische Spitze des Kegels wiederum auf die feststehende Platte aufsitzt.

Wie bereits erwähnt, wird die Erfindung anhand eines Platte/Platte-Meßsystems erläutert, bei welchem sich die Probe 12 zwischen einem als feststehende Platte ausgebildeten unteren Messteil 5 und einer als rotierende Platte ausgebildeten, oberen Messteil 4 befindet. Dabei kann der rotierende bzw. obere Messteil 4 kleineren Durchmesser als der feststehende, untere Messteil 5 besitzen. Auch gleich große Messteile 4, 5 sind einsetzbar. Der untere Messteil 5 ist in der Regel plattenförmig ausgebildet.

Bei bekannten Rotationsrheometern mit Proben temperiersystemen mittels Wärmepumpen (Peltier-Blöcken) wird die Probe 12 ausschließlich über den feststehenden unteren Messteil 5 temperiert; der rotierende bzw. oszillierende obere Messteil 4 mit der Messwelle 16 befindet sich in einer Umgebung mit Raumtemperatur. Bei Proben temperaturen über oder unter der Raumtemperatur wird durch Wärmeleitung und Konvektion sowie durch Wärmestrahlung dem rotierenden bzw. oszillierenden Meßsystem 4 mit der Messwelle 16 Wärmeenergie zugeführt oder abgeführt. Da dieser Wärmestrom durch die Probe 12 verläuft, entsteht ein unerwünschter Temperaturgradient innerhalb der Probe 12 bzw. verändert sich deren Temperatur. Mit der Erfindung wird vor allem die Ausbildung unerwünschter Temperaturgradienten innerhalb der Probe verhindert.

Fig. 3 bis 8 zeigen schematisch verschiedene Anordnungen, welche die erfindungsgemäßen Ziele erreichen lassen. Die Anordnung gemäß den Fig. 3 bis 8 unterscheiden sich untereinander in der Ausführung der Messteile 4, 5 sowie in der Anordnung und Ausführung der Wärmepumpen bzw. der von jeweils einer Anzahl von Peltier-Elementen gebildeten Peltier-Blöcke 24. Die Temperiereinheit für den unteren Messteil 5 umfasst zumindest eine Wärmepumpe (Peltier-Block) 20, die (der) auf der einen Seite mit einem Wärmetauscher 21 und auf der anderen Seite mit dem unteren Messteil 5 verbunden ist.

Zur Vermeidung bzw. Minimierung unerwünschter Temperaturgradienten ist ein weiteres Temperiersystem vorgesehen, umfassend einen Wärmetauscher 23, zumindest eine Wärmepumpe 24 und einen Temperierteil 25. Dieses Temperiersystem hat die Aufgabe, jene Wärmeenergie, welche dem rotierenden bzw. oszillierenden Messteil 4 über die Umgebung und/oder die Messwelle zu- oder abgeführt wird, zu kompensieren, um den Wärmestrom durch die Probe 12 zu unterbinden. Die Übertragung der Wärmeenergie auf den bzw. vom Messteil 4 erfolgt durch Strahlung, Konvektion und Gaswärmeleitung. Zur Erhöhung des Wärmetransportes kann zusätzlich Luft oder Gas oder ein Gasgemisch über einen Anschluss 27 auf den Messteil 4 eingeblasen werden. Das Gas wird in dem Temperierteil 25 vorgewärmt bzw. vorgekühlt und gleichmäßig über Auslassöffnungen 28 in den Probenraum bzw. zum Messteil 4 geblasen. Der gesamte Probenraum ist gegebenenfalls mit einer Haube 10 abgedeckt.

Die Wärmetauscher 21, 23 können prinzipiell als Kühlkörper, welcher Energie an die Luft abgibt bzw. aus der Luft entzieht, oder als flüssigkeitsdurchflossener Kühlblock, zur Aufnahme oder Abgabe von Wärme, ausgeführt sein.

Im unteren Messteil 5 ist ein Temperatursensor 22 angeordnet, welcher den Istwert für einen an die Steuer- bzw. Auswerteeinheit 17 angeschlossenen Temperaturregler 29 für den unteren Messteil 5 bildet. Der Temperatursollwert für den Messteil 5 wird von der Steuer- bzw. Auswerteeinheit 17 vorgegeben. Auch der Temperatursollwert für den Temperierteil 25 wird von der Steuer- bzw. Auswerteeinheit 17 vorgegeben. Eine Strom- oder Spannungsquelle in den Einheiten 29 bzw. 30 versorgt die Wärmepumpe(n) (Peltier-Blöcke) 20 bzw. 24 mit einer geregelten Leistung.

Der Temperaturregler 30 für das Peltier-Element 24 erhält von der zentralen Auswerteeinheit 17 einen Temperatursollwert für den Temperierteil 25 vorgegeben; an den Temperaturregler 30 ist ein Temperaturfühler 26 angeschlossen, der die Isttemperatur des Temperierteiles 25 abfühlt. Dabei ist zweckmäßig, dass der Temperaturregler 30 die Temperatur des Temperierteiles 25 auf eine knapp oberhalb oder knapp unterhalb der Temperatur des unteren Messteiles 5 liegende Temperatur einregelt.

Fig. 3 und 4 zeigen Rheometer, bei denen der obere Messteil 4 geringfügig kleiner gehalten ist als der untere Messteil 5. Der obere Messteil 4 wird von einer Messwelle 16 rotiert, die durch eine Haube 10 geführt ist. Die Haube 10 kann mittels einer Betätigungs- bzw. Führungseinrichtung 13, insbesondere motorisch angetrieben, angehoben werden. Die Betätigungseinrichtung 13 kann am Träger 18 oder am Stativ 11 oder am Hubtisch 15 gelagert sein.

Die vorgesehenen Wärmepumpen bestehen jeweils aus zumindest einem Peltier-Block 24, der mit einem Wärmetauscher 23 und einem Temperierteil 25 verbunden ist. Der Temperierteil 25 liegt knapp oberhalb des oberen Messteiles 4 und erstreckt sich vorteilhafterweise von der Messwelle 16 bis zumindest zum Außenumfang des oberen Messteiles 4. Vorteilhafterweise wird die Baueinheit, umfassend den Peltier-Block 24, den Wärmetauscher 23 und den Temperierteil 25, von der Haube 10, z. B. mit dem Rohrteil 27, getragen oder ist auf der Grundplatte 19 mit entsprechenden, nicht dargestellten, Tragteilen abgestützt, welche Grundplatte 19 auch den unteren Messteil 5 bzw. die diesem unteren Messteil 5 zugeordnete Temperiereinheit, umfassend den Peltier-Block 20 und den Wärmetauscher 21, trägt bzw. abstützt.

Vorteilhafterweise ist vorgesehen, dass in dem Temperierteil 25, insbesondere möglichst gleichmäßig verteilt, sich in Richtung auf den oberen Messteil 4 und/oder den Wärmeleitteil 4' öffnende Gaszufuhrkanäle 28 ausgebildet sind, mit denen durch Durchströmen des Temperierteiles 25 temperiertes Gas oder Gasgemisch zum oberen Messteil 4 und/oder zum Wärmeleitteil 4' zuführbar ist.

Die vorgesehene Regeleinheit 29 regelt die Temperatur des unteren Messteiles 5 auf eine von der Steuer- bzw. Auswerteeinheit 17 vorgegebene Temperatur ein; der Temperaturregler 30 regelt mit Hilfe des Temperaturfühlers 26 die Temperatur des Temperierteiles 25.

Bei der in Fig. 3 dargestellten Ausführungsform wird die Wärme vornehmlich über die nach unten weisende Fläche des Temperierteiles 25 in den Probenraum bzw. den oberen Messteil 4 bzw. in die Probe 12 eingebracht bzw. aus dieser(m) abgeführt. Die Peltier-Blöcke 24 sind an den Seitenwänden des(r) Temperierteiles(s) befestigt. Fig. 4 zeigt eine Anordnung ähnlich Fig. 3, wobei der (die) Peltier-Block (Blöcke) 24 oberhalb des Temperierteiles 25 angeordnet ist. Der Wärmetauscher 23 ist oberhalb des Peltier-Elements 24 angeordnet und liegt an der Innenfläche der Haube 10 an bzw. ist an dieser befestigt. Die Haube 10 könnte auch die Funktion des Wärmetauschers übernehmen. Die einzelnen Wärmepumpen umgeben die Messwelle 16 und regeln die Temperatur des Temperierteiles 25 und temperieren damit

den oberen Messteil 4 und den unteren Endbereich der Messwelle 16.

Fig. 5 zeigt eine Ausführungsform, bei der vorgesehen ist, dass der zumindest eine Temperierteil 25 und gegebenenfalls auch der zumindest eine Peltier-Block 24 und der Wärmetauscher 23 um die Messwelle 16 und/oder um einen gegebenenfalls von der Messwelle 16 oder dem oberen Messteil 4 getragenen oder an dieser(m) befestigten Wärmeleitteil 4' herum angeordnet bzw. diese(n) umgebend ausgebildet sind. Dabei ist wiederum vorgesehen, dass die Oberfläche des(r) Temperierteile(s) 25 in geringem Abstand von dem oberen Messteil 4 bzw. von der Oberfläche des Wärmeleitteiles 4' angeordnet ist.

Vorteilhaft ist es, wenn der Wärmeleitteil 4' in Form eines, insbesondere dünnwandigen, Hohlzylinders oder Hohlkegels von geringer Wärmekapazität und geringem Masseträgheitsmoment ausgeführt ist. Der Wärmeleitteil 4' ist oberhalb des oberen Messteiles 4 angeordnet. Gegebenenfalls ist der Wärmeleitteil 4' mit dem oberen Messteil 4 einstückig ausgebildet. Der obere Messteil 4 kann die Basis des Wärmeleitteiles 4' bilden bzw. diesen tragen oder kann von der unteren Endfläche des Wärmeleitteiles 4' gebildet werden. Der Wärmeleitteil 4' kann einstückig oder mehrteilig ausgebildet sein und gegebenenfalls aus unterschiedlichen Materialien bestehen.

Auf diese Weise kann eine unerwünschte Wärmezufuhr oder Wärmeableitung über die Messwelle 16 nahezu ausgeschlossen werden. Die Messwelle 16 ist vorteilhafterweise mit der oberen Endfläche des zylinderförmigen Wärmeleitteiles 4' verbunden, könnte aber auch bis zur Basis bzw. zum Messteil 4 durchgehen. Die Außenflächen des Wärmeleitteiles 4' werden von dem(n) Temperierteil(en) 25 über einen beträchtlichen Höhenbereich temperiert, sodass der obere Messteil 4, an der unteren Fläche des Wärmeleitteiles 4' als thermisch isoliert anzusehen ist. In Fig. 5 und 6 wurde der Bereich des Wärmeleitteiles 4', der als oberer Messteil wirkt bzw. ausgebildet ist, mit 4 bezeichnet.

Die Ausführungsformen gemäß Fig. 5 und 6 unterscheiden sich dadurch, dass in Fig. 5 die Peltier-Blöcke 24 und die Wärmetauscher 23 seitlich des(r) Temperierteile(s) 25 angeordnet sind, wogegen diese Bauteile bei der Ausführungsform gemäß Fig. 6 oberhalb des(r) Temperierteile(s) 25 angeordnet sind.

Ganz allgemein ist zu bemerken, dass der Temperierteil 25 und gegebenenfalls auch die Peltier-Blöcke 24 und der (die) Wärmetauscher 23 in Form von Hohlzylindern, Hohlprismen oder Hohlringen oder entsprechender Segmente ausgestaltet sein können und möglichst nahe, vorzugsweise unter Ausbildung eines gleichmäßigen Abstandes, der Messwelle 16 bzw. des Wärmeleitteiles 4' angeordnet sind.

Prinzipiell könnte anstelle einer zylindrischen Gesamtform aufweisenden Wärmeleitteiles 4' ein kegelförmiger Wärmeleitteil 4' vorgesehen werden, wie in Fig. 6 strichliert dargestellt ist. In diesem Fall würde die Innenfläche des(r) Temperierteile(s) 25 ebenfalls kegelförmig gestaltet sein, wie in Fig. 6 strichliert angedeutet ist.

In den Fig. 7 und 8 sind Ausführungsformen von Rotationsrheometern dargestellt, bei denen der obere Messteil 4 von dem Wärmeleitteil 4' getragen bzw. an diesem befestigt ist, diesen seitlich überragt und im wesentlichen eine mit dem unteren Messteil 5 vergleichbare Größe aufweist. Der Temperierteil 25 ist relativ schmal ausgebildet und weist einen seitlich abgehenden Fortsatz 25' auf, mit dem der Peltier-Block 24 gegenüber dem oberen Messteil 4 abgeschirmt wird. Der Fortsatz 25' könnte sich auch weiter seitlich nach außen erstrecken, um auch den Wärmetauscher 23 gegenüber den Probenbereich bzw. gegenüber den oberen Messteil 4 und den unteren Messteil 5 abzuschirmen.

Anstelle der Haube 10 könnte prinzipiell auch vorgesehen sein, dass nur ein kleiner Haubenteil 10' vom Temperierteil 25 (Fig. 8) oder vom Peltier-Block oder vom Wärmetauscher 23 (Fig. 7) getragen ist, um den Probenraum gegen Umwelteinflüsse, z. B. Zugluft, abzuschirmen. Es könnte ferner vorgesehen sein, den Wärmetauscher 23 und/oder den Temperierteil 25 an ihren jeweiligen seitlichen und/oder nach oben gerichteten Außenflächen mittels einer Isolierschicht, z. B. aus Schaumstoff, thermisch zu isolieren; gleiches gilt für den Haubenbereich 10', welcher den Probenraum, vorzugsweise allseitig, umgibt.

Die Temperierung des unteren Messteiles 5 kann auf verschiedene Weise erfolgen; anstelle eines Peltier-Blockes 20 könnte auch ein fluidgespeicherter Kühlblock vorgesehen sein.

Der Wärmeleitteil 4' kann ebenso wie der Messteil 4 aus Aluminium, Kunststoff, Inrosta bestehen. Der Temperierteil 25 und der untere Messteil 5 werden aus gut wärmeleitendem Material erstellt, um die Wärmeenergie rasch verteilen zu können. Vorteilhaft ist es, wenn der Wärmeleitteil 4' in seinem dem oberen Messteil 4 nahen Bereich H aus gut wärmeleitendem Material, z. B. Aluminium, ausgebildet ist und in seinem der Messwelle 16 nahen Bereich aus schlecht wärmeleitendem Material, z. B. Kunststoff, ausgebildet ist. Maximal die untere Hälfte, vorzugsweise maximal das untere Drittel, des Wärmeleitteiles 4' besteht aus gut wärmeleitendem Material. Die Messwelle 16 besteht vorteilhafterweise aus Inrosta-Stahl.

Das durch den Temperierteil 25 eingeleitete Gas wird in einer relativ geringen Menge eingebracht und weist eine Temperatur auf, die geringfügig höher oder geringfügig tiefer ist als die Temperatur des unteren Messteiles 5. Vorteilhafterweise erfolgt das Einblasen des Gases über die gesamte Außenfläche des Wärmeleitteiles 4' und/oder über die Flächenbereiche des oberen Messteiles 4, die dem Wärmeleitteil 25 gegenüberliegen.

Zum Anheben und Absenken der Haube 10 und der von dem(n) Peltier-Block (Blöcken) 24, dem Wärmetauscher 23 und der(n) Temperiereinheit(en) 25 gebildeten Baueinheit können zumindest eine gemeinsame Betätigungseinheit 13 oder getrennte Betätigungseinrichtungen vorgesehen sein. Diese Betätigungseinheiten arbeiten unabhängig von den Einstelleinheiten zur Einstellung der Dicke des Messspaltes S.

In Fig. 9 sind verschiedene Ausführungsformen von Temperierteilen dargestellt. Links in Fig. 9 ist ein Temperierteil 25 dargestellt, der sektorförmige Temperierteile 25' und 25'' umfaßt, wobei die Temperierteile 25' großflächig und die Temperierteile 25'' kleinflächig ausgebildet sind. Diese Temperierteile sind gegebenenfalls zusammensetzbar zu einem scheibenförmigen oder zylinderförmigen Temperierteil, der eine zentrale Ausnehmung 35 für den Durchtritt der Messwelle 16 aufweist. Es ist durchaus möglich, dass die einzelnen Temperierteile 25' und 25'' untereinander Abstände aufweisen; im vorliegenden Fall ist es jedoch zweckmäßig, wenn die Temperierteile 25' und 25'' aneinander anliegen, da lediglich den Temperierteilen 25' an deren Seitenwänden Peltier-Blöcke 24 zugeordnet sind. Prinzipiell können die Peltier-Blöcke an den Seitenflächen oder auf der oberen Fläche der Temperierteile 25 angeordnet sein. Wärmetauscher 23 bzw. die Messwelle 16 und die Messteile 4 bzw. 5 sind in Fig. 9 nicht dargestellt.

In Fig. 9 in der Mitte sind zwei halbkreisförmigen Querschnitt aufweisende Temperierteile 25' dargestellt, welche in ihrer Mitte eine Öffnung 35 zum Durchtritt der Messwelle 16 ausbilden. Symmetrisch zu dieser Öffnung 35 sind vier Peltier-Blöcke 24 an den Umfangsflächen angeordnet; zusätzlich oder alternativ könnten auch an der oberen Fläche der Temperierteile 25' Peltier-Blöcke 24 angeordnet sein.

Sofern die Temperierteile 25 nicht die Messwelle 16 umgeben sondern einen Wärmeleitteil 4' umgeben sollen, wird die Zentralöffnung 35 entsprechend größer gestaltet.

In Fig. 9 rechts ist ein aus zwei Temperierteilen 25' zusammengesetzter polygonaler Temperierteil 25 dargestellt, auf dessen oberer Fläche vier Peltier-Blöcke 24 angeordnet sind.

An sich kann die Form der seitlichen Außenfläche bzw. der Innenumfangsfläche der Temperierteile 25 beliebig gestaltet werden; zentralsymmetrische Ausführungsformen erleichtern es jedoch, die Temperatur des oberen Messteiles 5 konstant zu halten.

Vorteilhafterweise übersteigt die Höhe der Temperierteile 25 die Höhe der Wärmeleitteile 4'; damit wird erreicht, dass die Wärmeleitteile 4' über ihre gesamte Höhe temperiert werden und Wärmegradienten im unteren Bereich des Wärmeleitteiles 4', in dem dieser an den oberen Messteil 4 anschließt bzw. in diesen übergeht, weitgehend vermieden werden. Insbesondere in diesem Fall ist es zweckmäßig, wenn die Wärmeleitteile 25 den oberen Messteil 4 seitlich überragen, womit der Probenbereich zwischen dem unteren Messteil 5 und dem oberen Messteil 4 von beiden Seiten mit im wesentlichen derselben Temperatur beaufschlagt werden kann.

Ganz besonders wesentlich für die Erfindung ist es, dass ein Wärmetransport bzw. -strom durch die Messwelle verhindert bzw. ausgeglichen wird. Dazu wird mit dem Temperierteil Wärme zu- oder abgeführt, allenfalls unterstützt von der Zufuhr von Temperiergas. Auf diese Weise bzw. durch diese aktive Temperatureinstellung im Bereich des oberen Messteiles, wird der Temperaturgradient in der Probe minimiert; das Ab- bzw. Zuführen von Energie in den empfindlichen Bereich des Rheometers, d. h. in den Bereich der Probe, wie es bei bekannten Rheometern üblich ist, unterbleibt.

Patentansprüche

1. Rotationsrheometer mit einem Messmotor (1), der eine Messwelle (16) rotiert, an der ein oberer, insbesondere platten- oder kegelförmiger, Messteil (4) befestigt ist, wobei zwischen diesem ersten Messteil (4) und einem drehfesten, unteren, vorzugsweise plattenförmigen, Messteil (5) ein Messspalt (S) ausgebildet ist, in den die zu untersuchende Substanz (12), insbesondere Flüssigkeit, Gel oder dergleichen, eingebracht wird, wobei die Dicke des Messspaltes (S) durch eine Verstellung der beiden Messteile (4, 5) relativ zueinander einstellbar ist und wobei unterhalb des unteren Messteiles (5) eine Heiz- bzw. Temperiereinheit für diesen angeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, dass zur Aufheizung oder Abkühlung oder Temperierung des oberen Messteiles (4) zumindest eine Wärmepumpe (24), insbesondere zumindest ein Peltier-Block, vorgesehen ist, mit der(m) dem oberen Messteil (4) Wärme zuführbar oder Wärme entziehbar ist.
2. Rotationsrheometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest ein Peltier-Block (24) oberhalb und/oder seitlich des oberen Messteiles (4) angeordnet ist.
3. Rotationsrheometer nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass oberhalb und/oder seitlich des oberen Messteiles (4) zumindest ein Temperierteil (25) angeordnet ist, mit dem zumindest ein Peltier-Block (24) verbunden ist.
4. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der zumindest eine Temperierteil (25) oberhalb und/oder seitlich des o-

ren Messteiles (4) angeordnet ist bzw. verläuft bzw. dass zumindest einer Seitenfläche und/oder der oberen Endfläche des Temperierteiles (25) zumindest ein Peltier-Block (24) befestigt ist.

5. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der bzw. die Temperierteil(e) (25) die Messwelle (16) umgibt (umgeben) und vorzugsweise in Bezug auf die Messwelle (16) zentralsymmetrisch ausgebildet sind.

6. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die vorgeschienenen Peltier-Blöcke (24) in Bezug auf die Messwelle (16) zentralsymmetrisch angeordnet sind.

7. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Temperierteil (25) ein Metallring mit im Schnitt senkrecht zur Messwelle (16) rundem oder polygonalem Innen- und/oder Außenumfang ist.

8. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die einzelnen Temperierteile (25, 25', 25'') gleiche Größe und Gestalt aufweisen.

9. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass von jedem Peltier-Block (24), insbesondere an der dem Temperierteil (25) abgewandten Seite, zumindest ein Wärmetauscher (23) getragen ist.

10. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der (die) Temperierteil(e) (25) und gegebenenfalls auch Peltier-Blöcke (24) mit Wärmetauscher (23) um die Messwelle (16) und/oder um einen gegebenenfalls von der Messwelle (16) getragenen oder einen an dieser befestigten oder von dem oberen Messteil (4) getragenen oder an diesem befestigten, Wärmeleitteil (4') herum angeordnet bzw. diese(n) umgebend ausgebildet sind.

11. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberfläche des(r) Temperierteile(s) (25) in geringem Abstand von der oberen Fläche des oberen Messteiles (4) bzw. von der Oberfläche des Wärmeleitteiles (4') angeordnet ist.

12. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmeleitteil (4') in Form eines, insbesondere dünnwandigen, Hohlzylinders oder Hohlkegels vorteilhafterweise von geringer Wärmekapazität und geringem Masseträgheitsmoment ausgeführt ist.

13. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet,

- dass der Wärmeleitteil (4') oberhalb des oberen Messteiles (4) im Abstand zu diesem angeordnet und von der Messwelle (16) getragen ist oder

- dass der von der Messwelle (16) getragene Wärmeleitteil (4') mit dem oberen Messteil (4) einstückig ausgebildet ist und der obere Messteil (4) vom Basisbereich des Wärmeleitteiles (4') gebildet ist und/oder

- dass der obere Messteil (4) an der unteren Fläche des Wärmeleitteiles (4') befestigt bzw. angeformt ist.

14. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Außendurchmesser des(r) Temperierteile(s) (25) zumindest dem Außendurchmesser des oberen Messteiles (4) entspricht.

15. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der Temperierteil (25) die Mantelfläche des vorzugsweise zylindrischen

oder kegelförmigen Wärmeleitteil (4') zumindest teilweise ab- bzw. überdeckt.

16. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass in zumindest einem Temperierteil (25), insbesondere möglichst gleichmäßig verteilt, sich in Richtung auf den oberen Messteil (4) und/oder den Wärmeleitteil (4') öffnende Gaszufuhrkanäle (28) ausgebildet sind, mit denen beim Durchströmen des Temperierteiles (25) temperiertes Gas oder Gasgemisch zum oberen Messteil (4) und/oder zum Wärmeleitteil (4') zuführbar ist, wobei gegebenenfalls eine Einrichtung zum Vorwärmen des zugeführten Gases bzw. Gasgemisches vorgesehen ist.

17. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass der obere Messteil (4) und der untere Messteil (5) und der zumindest eine Peltier-Block (24), der zumindest eine Temperierteil (25) und gegebenenfalls der (die) Wärmetauscher (23) zumindest teilweise von zumindest einer Haube (10) umgeben und gegebenenfalls von dieser Haube (10) getragen oder an dieser befestigt oder mit dieser verbunden sind.

18. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Betätigungs- bzw. Führungseinrichtung (13) zum Anheben bzw. Absenken der Haube (10) und/oder der von dem(n) Peltier-Block (Blöcken) (24), von dem(n) Temperierteil(en) (25) und den Wärmetauschern (23) gebildeten Baueinheit vorgesehen ist, wobei die Betätigungs- bzw. Führungseinrichtung (13) vom Stativ (11), vom Träger (18) oder vom Hubtisch (15) getragen ist.

19. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass der zumindest eine Peltier-Block (24) und/oder der zumindest eine Temperierteil (25) und gegebenenfalls der (die) Wärmetauscher (23) zumindest teilweise mit zumindest einem Isoliermantel umgeben sind, der in Betriebsstellung gegebenenfalls auch den oberen und/oder unteren Messteil (4, 5) umgibt.

20. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Welle (16) und/oder der Wärmeleitteil (4') aus schlecht wärmeleitendem Material bestehen.

21. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmeleitteil (4') in seinem dem oberen Messteil (4) nahen Bereich (H) aus gut wärmeleitendem Material, z. B. Aluminium, ausgebildet ist und in seinem der Messwelle (16) nahen Bereich aus schlecht wärmeleitendem Material, z. B. Kunststoff, ausgebildet ist.

22. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass ein Temperaturregler (30) für den (jeden) Peltier-Block (24) vorgesehen ist, dem von der zentralen Steuereinheit (17) ein Temperatursollwert für den Temperierteil (25) vorgegeben ist, wobei an den Temperaturregler (30) ein Temperaturfühler (26) angeschlossen ist, der die Isttemperatur des Temperierteiles (25) abfühlt.

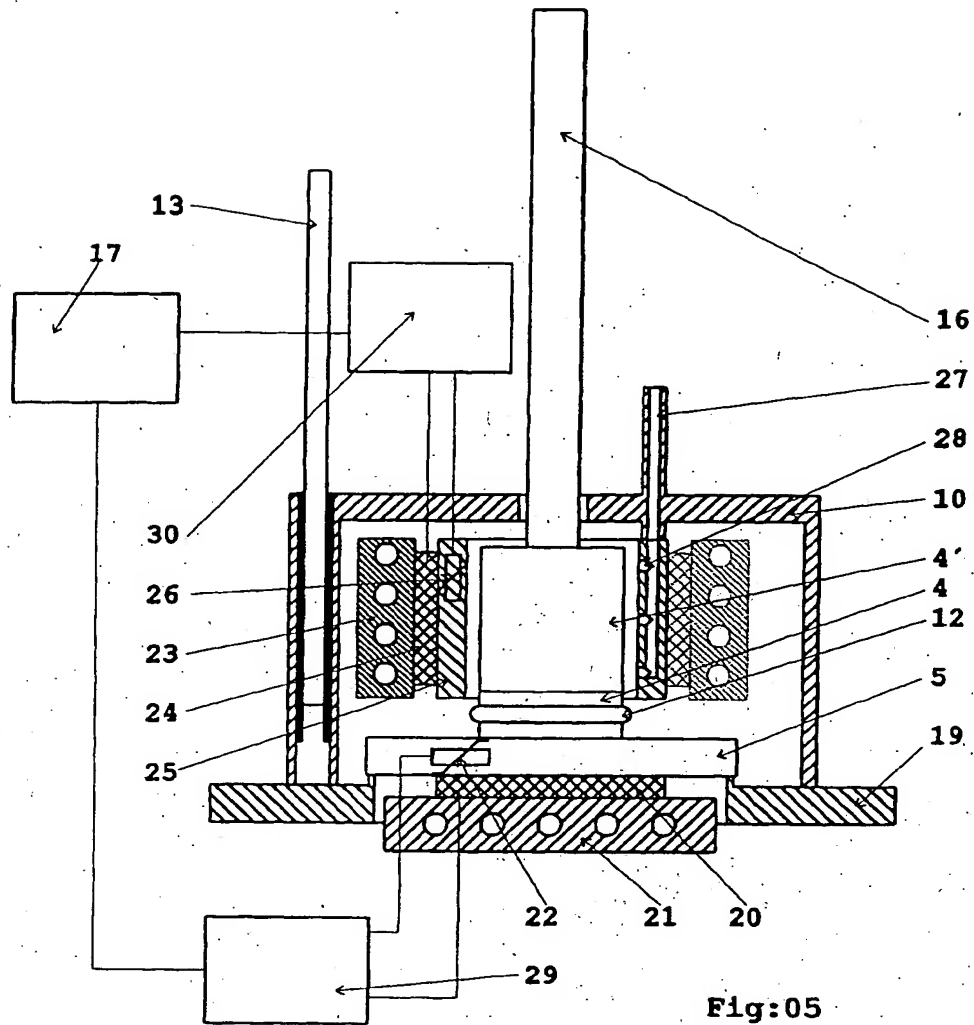
23. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass der Temperaturregler (30) die Temperatur des Temperierteiles (25) auf eine knapp oberhalb oder knapp unterhalb der Temperatur des unteren Messteiles (5) liegende Temperatur einregelt.

24. Rotationsrheometer nach einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass die dem unteren Messteil (5) zugeordnete bzw. diesen temperierende Heiz- bzw. Temperiereinheit von zumindest einem an

den unteren Messteil (5) anliegenden Peltier-Block (20) mit Wärmetauscher (21) gebildet ist, wobei ein Temperaturregler (29) für die Heiz- bzw. Temperiereinheit (20, 21) vorgesehen ist, der einen mit dem unteren Messteil (5) verbundenen Temperaturfühler (22) aufweist und gegebenenfalls von der zentralen Steuereinheit (17) Temperaturvorgabewerte für die Temperatur des unteren Messteiles (5) erhält.

Hierzu 9 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -



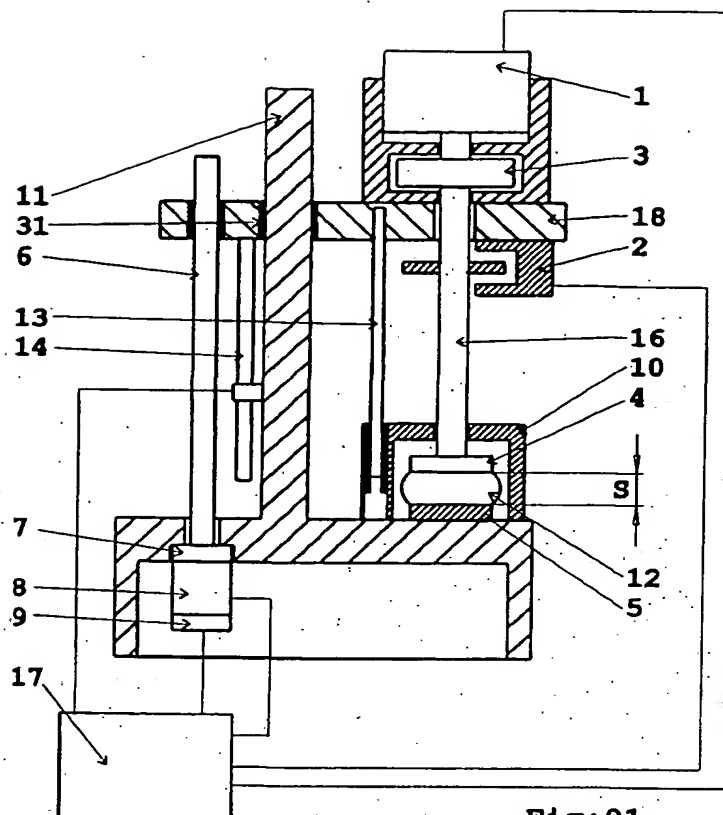


Fig:01

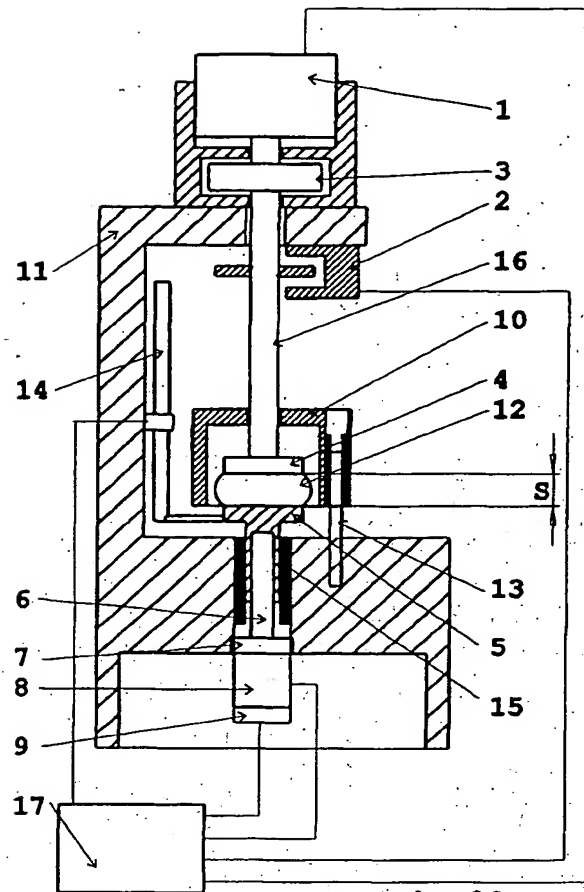
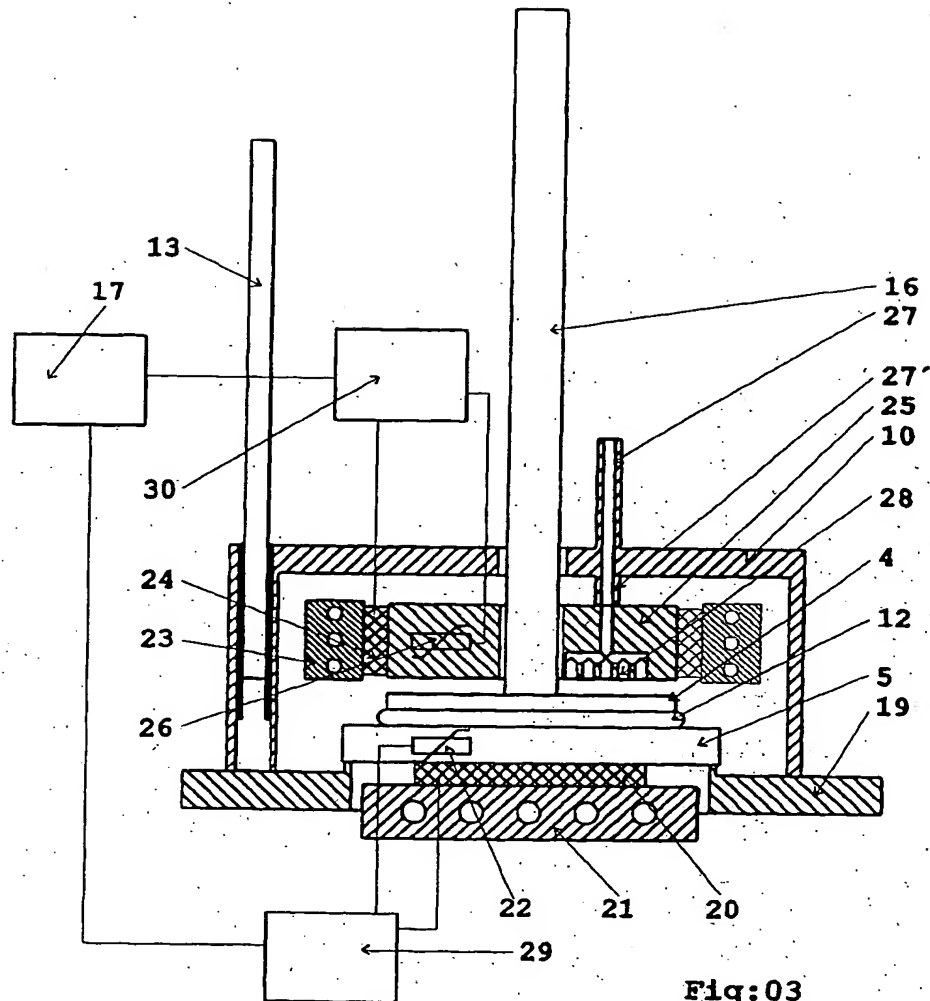


Fig:02



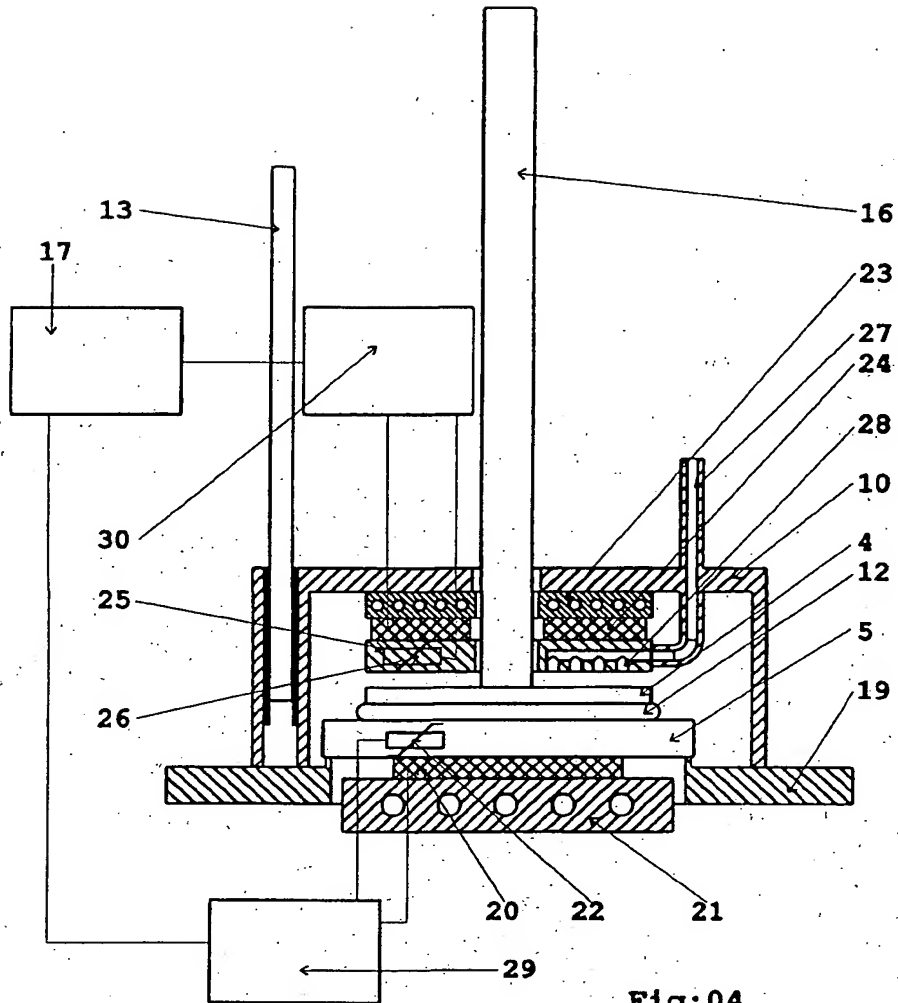


Fig:04

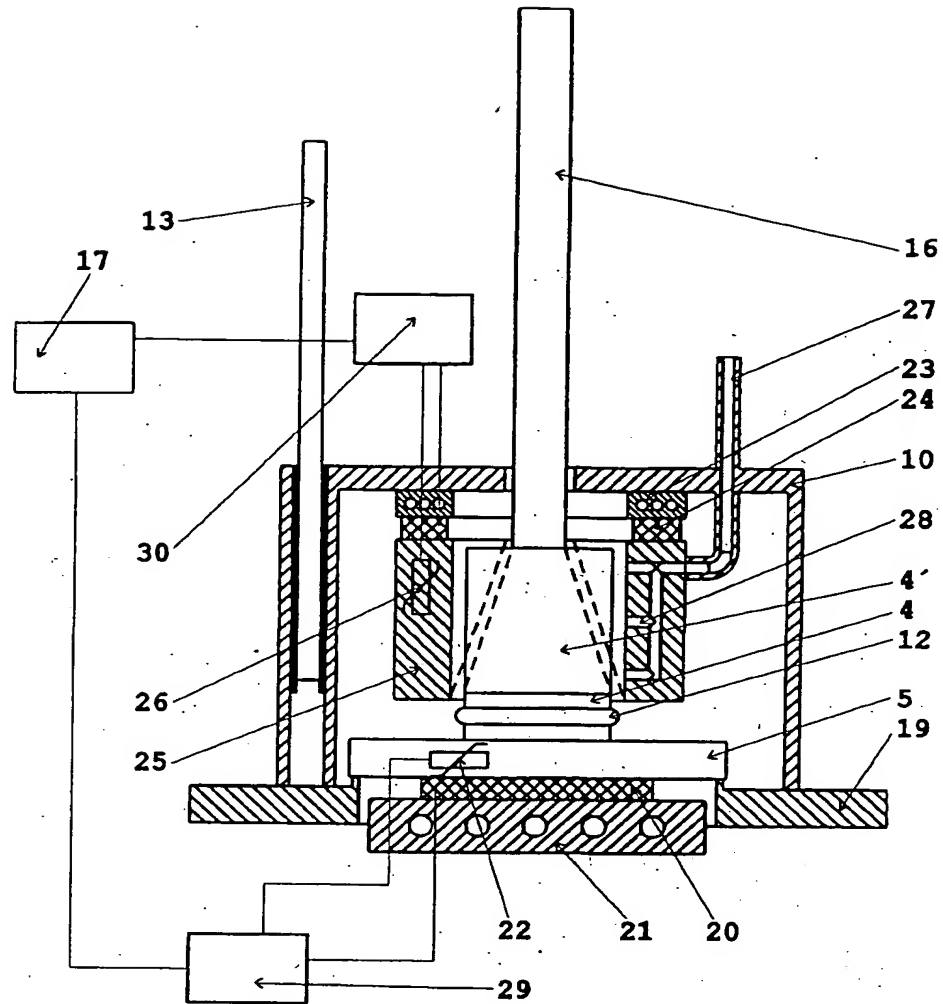


Fig:06

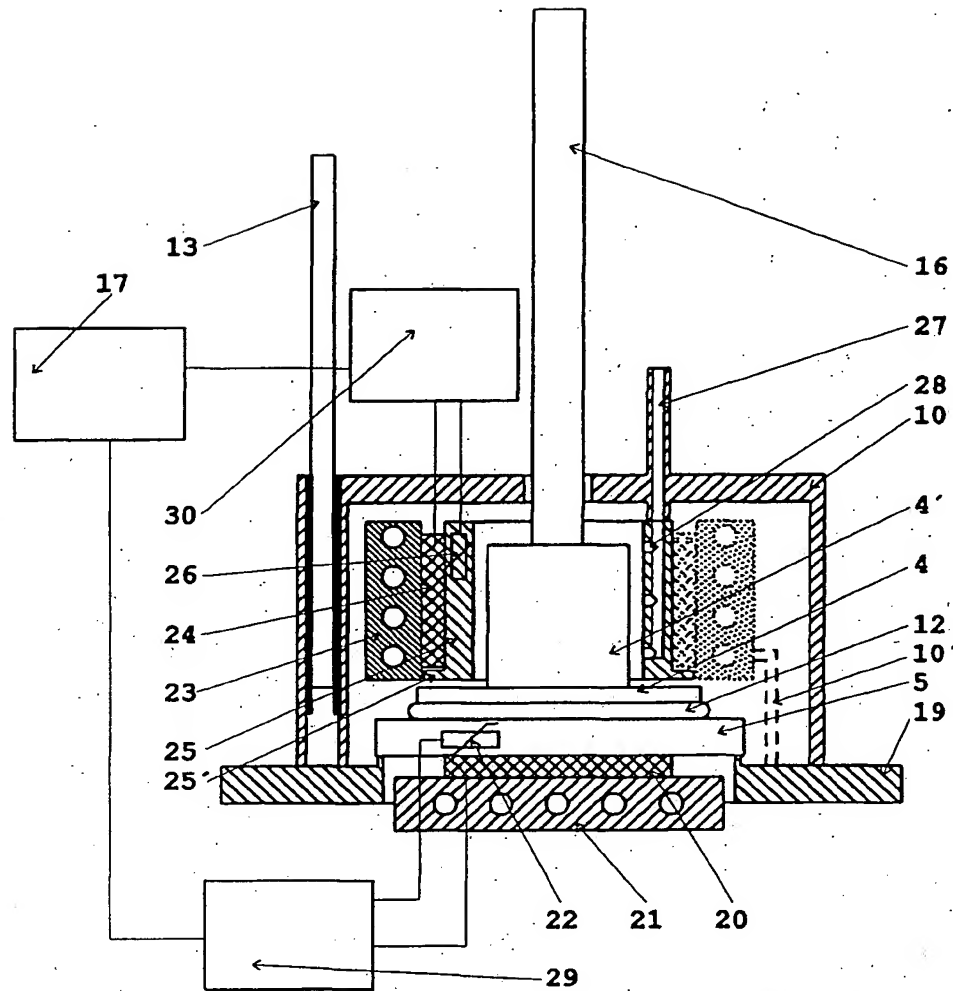


Fig:07

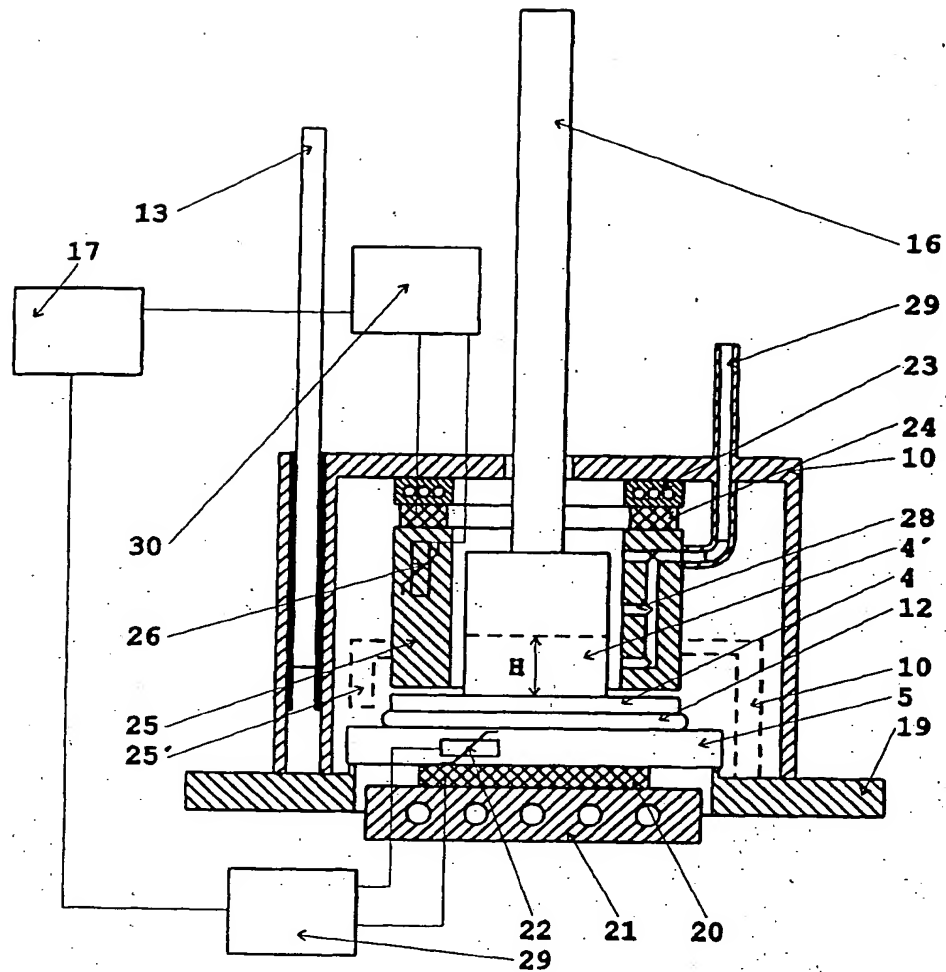


Fig:08

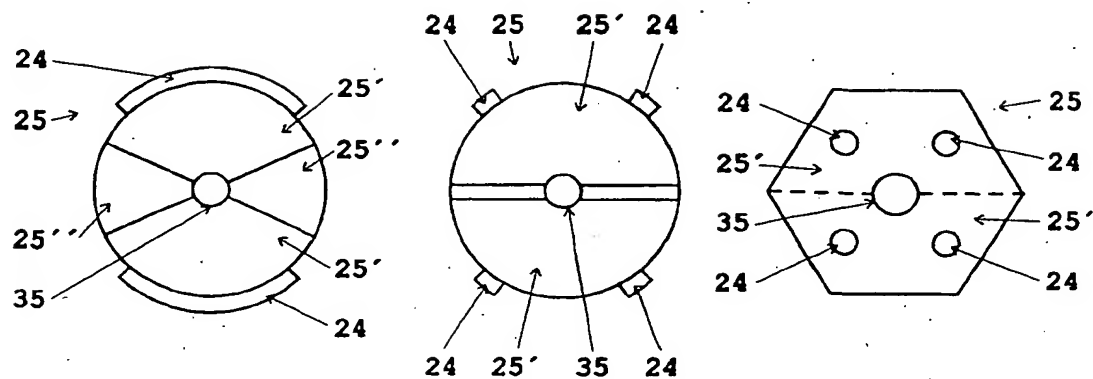


Fig:09